

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-012638
(43)Date of publication of application : 15.01.2003

(51)Int.Cl. C07C323/42
A01N 37/30
A01N 41/10
A01N 43/40
C07C317/28
C07C317/40
C07D213/64
C07D213/70

(21)Application number : 2002-127180
(22)Date of filing : 26.04.2002

(71)Applicant : NIPPON NOHYAKU CO LTD
(72)Inventor : NAKAO ISAMI
HARAYAMA HIROTO
YAMAGUCHI MINORU
TONISHI MASANORI
MORIMOTO MASAYUKI
FUJIOKA NOBUSUKE

(30)Priority

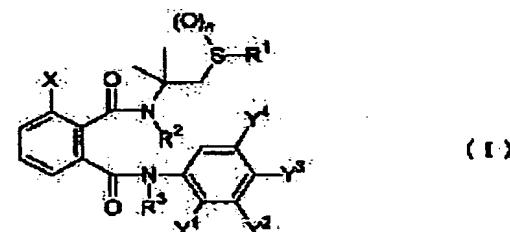
Priority number : 2001129589 Priority date : 26.04.2001 Priority country : JP

(54) PHTHALAMIDE DERIVATIVE AND INSECTICIDE FOR AGRICULTURE AND HORTICULTURE AND METHOD FOR USING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a compound which exhibits an excellent insecticidal effect at a low dose and further shows a high absorption migration action from roots, especially when used for the treatments of soil and the like.

SOLUTION: A phthalamide derivative represented by general formula (I) [R1, R2, and R3 are each H, a 1 to 6C alkyl, a 3 to 6C alkenyl, or a 3 to 6C alkynyl; X and Y1 are each a halogen; Y2 and Y4 are each H, a halogen, CN, a (halo) 1 to 6C alkyl, a (halo) 1 to 6C alkoxy, a (halo) 1 to 6C alkylthio, a (halo) 1 to 6C alkylsulfinyl, a (halo) 1 to 6C alkylsulfonyl; Y3 is CN, a (halo) 1 to 2C alkyl, a (halo) 1 to 6C alkoxy, a (halo) 1 to 6C alkoxy (halo) 1 to 6C alkoxy, a (halo) 1 to 6C alkylthio, substituted phenyl, substituted phenoxy, substituted pyridyloxy, substituted pyridylthio, or the like; X is a halogen; (n) is 0 to 2; but known compounds are excluded], an insecticide containing the derivative as an active ingredient and used for agriculture and horticulture, and a method for using the same.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-12638

(P2003-12638A)

(43)公開日 平成15年1月15日(2003.1.15)

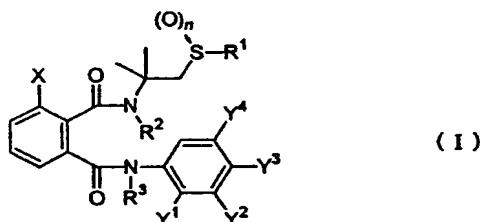
| | | | |
|---------------------------|--------------------------------------|---------------|---|
| (51) Int.Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テマコト [®] (参考) |
| C 07 C 323/42 | | C 07 C 323/42 | 4 C 055 |
| A 01 N 37/30 | | A 01 N 37/30 | 4 H 006 |
| 41/10 | | 41/10 | Z 4 H 011 |
| 43/40 | 101 | 43/40 | 101 G |
| C 07 C 317/28 | | C 07 C 317/28 | |
| | 審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 23 頁) 最終頁に続く | | |
| (21)出願番号 | 特願2002-127180(P2002-127180) | (71)出願人 | 000232623 日本農業株式会社 東京都中央区日本橋1丁目2番5号 |
| (22)出願日 | 平成14年4月26日(2002.4.26) | (72)発明者 | 中尾 勇美 大阪府河内長野市原町270 |
| (31)優先権主張番号 | 特願2001-129589(P2001-129589) | (72)発明者 | 原山 博人 大阪府河内長野市本多町5-6-305 |
| (32)優先日 | 平成13年4月26日(2001.4.26) | (72)発明者 | 山口 実 大阪府大阪狭山市池尻自由ヶ丘1-4-3 -402 |
| (33)優先権主張国 | 日本 (JP) | (74)代理人 | 100068618 弁理士 萩 経夫 (外2名) |
| | | | 最終頁に続く |

(54)【発明の名称】 フタルアミド誘導体及び農園芸用殺虫剤並びにその使用方法

(57)【要約】

【解決手段】 一般式 (I)

【化1】



但し、公知化合物を除く。) で表されるフタルアミド誘導体、該誘導体を有効成分とする農園芸用殺虫剤、及びその使用方法。

【効果】 本発明の化合物は低薬量で優れた殺虫効果を示し、特に土壤等に処理することにより、根からの高い吸収移行作用を示す。

(式中、R¹、R² 及びR³ はH、C₁-C₆アルキル、C₃-C₆アルケニル、C₃-C₆アルキニル、XとY¹ はハロゲン、Y²とY⁴はH、ハロゲン、CN、(ハロ)C₁-C₆アルキル、(ハロ)C₁-C₆アルコキシ基、ハロC₁-C₆アルキルチオ、ハロC₁-C₆アルキルスルフィニル、ハロC₁-C₆アルキルスルホニル、Y³ はCN、(ハロ)C₁-C₂アルキル、(ハロ)C₁-C₆アルコキシ、ハロC₁-C₆アルコキシハロC₁-C₆アルコキシ、(ハロ)C₁-C₆アルキルチオ、置換フェニル、置換フェノキシ、置換ビリジルオキシ、置換ビリジルチオ等、Xはハロゲン、nは0~2。

【従来の技術】特開平11-240857号公報及び特開2001-131141号公報に本発明のフタルアミド誘導体と類似した化合物が農園芸用殺虫剤として有用であることが記載されているが、本発明化合物についての実施例、物性等は記載されていない。

[0 0 0 3]

【発明が解決しようとする課題】農業及び園芸等の作物生産において、害虫等による被害は今なお大きく、既存薬に対する抵抗性害虫の発生等の要因から新規な農園芸用薬剤、特に農園芸用殺虫剤の開発が望まれている。又、就農者の老齢化等により各種の省力的施用方法が求められるとともに、これらの施用方法に適した性格を有する農園芸用薬剤の創出が求められている。

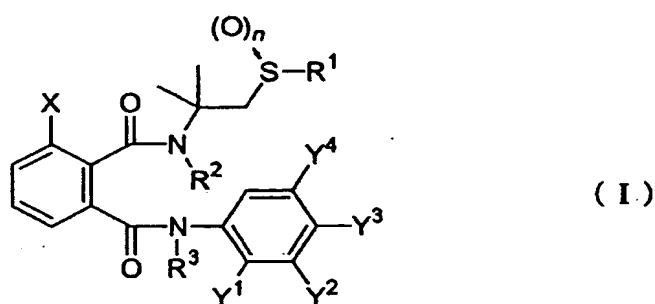
* [0004]

【課題を解決するための手段】本発明者等は新規な農園芸用薬剤を開発すべく鋭意研究を重ねた結果、本発明の一般式（I）で表されるフタルアミド誘導体が文献未記載の新規化合物であり、特開平11-240857号公報及び特開2001-131141号公報に記載の化合物に対し、低薬量で優れた殺虫効果を示し、特に土壌等に処理することにより、根からの高い吸収移行作用を示す優れた農園芸用殺虫剤であることを見いだし、本発明を完成させたものである。

10 明を完成させたものである。

【0005】即ち、本発明は一般式（I）

【化2】



又は異なっても良く、ハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、 C_1-C_6 アルキル基、ハロ C_1-C_6 アルキル基、 C_1-C_6 アルコキシ基又はハロ C_1-C_6 アルコキシ基から選択される1以上の置換基を有する置換フェニルチオ基、又は、同一若しくは異なっても良く、ハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、 C_1-C_6 アルキル基、ハロ C_1-C_6 アルキル基、 C_1-C_6 アルコキシ基又はハロ C_1-C_6 アルコキシ基から選択される1以上の置換基を有する置換ピリジルチオ基を示し、nは0～2の整数を示す。但し、 R^2 及び R^3 が同時に水素原子を示し、 Y^1 が塩素原子を示し、 Y^2 及び Y^4 が同時に水素原子を示し、 Y^3 がトリフルオロメトキシ基を示す場合、 R^1 がメチル基を示し、Xがフッ素原子、塩素原子又は臭素原子を示す場合を除く。又、 R^2 及び R^3 が同時に水素原子を示し、 Y^1 が塩素原子を示し、 Y^2 及び Y^4 が水素原子を示し、 Y^3 がトリフルオロメトキシ基を示し、nが0又は2の整数を示す場合、 R^1 がメチル基又はエチル基を示し、Xがヨウ素原子の場合を除く。)で表されるフタルアミド誘導体及び該化合物を有効成分として含有する農園芸用殺虫剤並びにその使用方法に関するものである。

【0006】

【発明の実施の形態】本発明のフタルアミド誘導体の一般式（I）の定義において、「ハロゲン原子」とは塩素原子、臭素原子、沃素原子又はフッ素原子を示し、「 C_1-C_6 アルキル」とは、例えばメチル、エチル、 n -プロピル、 i -プロピル、 n -ブチル、 i -ブチル、 s -ブチル、 t -ブチル、 n -ペンチル、 n -ヘキシル等の直

トラヒドロフラン、ジエチルエーテル、メチル *t*-ブチルエーテル、ジオキサン、クロロホルム、塩化メチレン、クロロベンゼン、トルエン、アセトニトリル、酢酸エチル、酢酸ブチル等を例示することができる。本反応で使用できる酸としては、例えば酢酸、トリフルオロ酢酸等の有機酸類、塩酸、硫酸等の無機酸類を例示することができ、その使用量は、一般式(VI)で表されるフタルイソイミド誘導体に対して触媒量乃至過剰モルの範囲から適宜選択して使用すれば良い。塩基としては、例えばトリエチルアミン、ピリジン等の有機塩基類、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸ナトリウム、水酸化ナトリウム等の無機塩基類を例示することができ、その使用量は、一般式(VI)で表されるフタルイソイミド誘導体に対して触媒量乃至過剰モルの範囲から適宜選択して使用すれば良い。反応温度は0℃乃至使用する不活性溶媒の沸点域で行うことができ、反応時間は反応規模、反応温度等により一定しないが、数分乃至48時間の範囲である。反応終了後、目的物を含む反応系から常法に従って単離すれば良く、必要に応じて再結晶、カラムクロマトグラフィー等で精製することにより目的物を製造することができる。

【0012】(2) 一般式(IV)→一般式(II)

本反応で使用する不活性溶媒としては、本反応の進行を著しく阻害しないものであれば良く、例えばベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類、フルオロベンゼン、クロロベンゼン、ジクロロベンゼン等のハロゲン化芳香族炭化水素類、塩化メチレン、クロロホルム、四塩化炭素等のハロゲン化炭化水素類、ジエチルエーテル、ジオキサン、テトラヒドロフラン等の鎖状又は環状エーテル類、酢酸エチル等のエステル類、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド等のアミド類、酢酸等の酸類、ジメチルスルホキシド、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン等の不活性溶媒を例示することができ、これらの不活性溶媒は単独で又は2種以上混合して使用することができる。脱ハロゲン化水素剤としては、例えばトリエチルアミン、ピリジン等の有機塩基類、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸ナトリウム、水酸化ナトリウム等の無機塩基類を例示することができ*

*る。本反応は等モル反応であるので、各反応剤を等モル使用すれば良いが、いずれかの反応剤を過剰に使用することもできる。反応温度は室温乃至使用する不活性溶媒の還流温度下で行うことができ、反応時間は反応規模、反応温度等により一定しないが、数分乃至48時間の範囲で適宜選択すれば良い。反応終了後、目的物を含む反応系から常法に従って単離すれば良く、必要に応じて再結晶、カラムクロマトグラフィー等で精製することにより目的物を製造することができる。又、反応系から目的物を単離せずに次の反応工程に供することも可能である。

【0013】

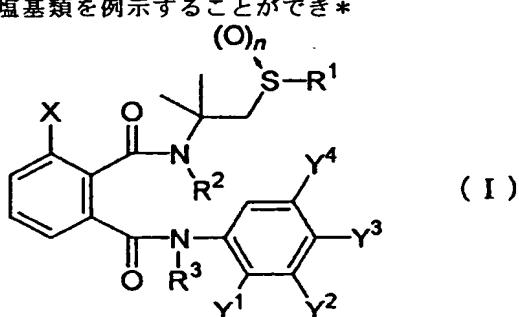
(3) 一般式(II)又は(IV)→一般式(I)

本反応で使用する不活性溶媒としては、例えば塩化メチレン、クロロホルム等のハロゲン化炭化水素類、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類、フルオロベンゼン、クロロベンゼン、ジクロロベンゼン等のハロゲン化芳香族炭化水素類、酢酸等の酸類、メタノール、エタノール、プロパノール等のアルコール類を例示することができる。酸化剤としては、例えばメタクロロ過安息香酸、過酢酸、メタ過ヨウ素酸カリウム、過硫酸水素カリウム(オキソン)、過酸化水素等を例示することができ、その使用量は一般式(II)又は(IV)で表されるフタルアミド誘導体に対して0.5~3当量の範囲から適宜選択して使用すれば良い。反応温度は-50℃~使用する不活性溶媒の沸点域の範囲で行えば良く、反応時間は反応温度、反応規模等により一定しないが、数分乃至24時間の範囲である。反応終了後、目的物を含む反応系から常法に従って単離すれば良く、必要に応じて再結晶、カラムクロマトグラフィー等で精製することにより目的物を製造することができる。

【0014】以下に本発明の一般式(I)で表されるフタルアミド誘導体の代表的な化合物を第1表及び第2表に例示するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

一般式(I)

【化4】



【0015】

【表1】

II
第1表 (続き)

12

| No. | Y ¹ | Y ² | Y ³ | Y ⁴ | n | 融点 (°C) |
|------|----------------|------------------|-------------------------------|----------------|---|---------|
| 1-25 | Cl | Cl | CF ₃ | H | 0 | |
| 1-26 | Cl | Cl | CF ₃ | Cl | 0 | |
| 1-27 | Cl | Br | CF ₃ | H | 0 | |
| 1-28 | Cl | H | C ₂ F ₆ | H | 0 | 179 |
| 1-29 | Cl | Cl | C ₂ F ₆ | H | 0 | |
| 1-30 | Cl | Cl | C ₂ F ₆ | Cl | 0 | |
| 1-31 | Cl | CH ₃ | C ₂ F ₆ | H | 0 | 165-167 |
| 1-32 | Cl | OCH ₃ | C ₂ F ₆ | H | 0 | |
| 1-33 | Cl | H | CCl ₃ | H | 0 | |
| 1-34 | Cl | H | CN | H | 0 | |
| 1-35 | Cl | F | CN | H | 0 | |
| 1-36 | Cl | Cl | CN | H | 0 | |
| 1-37 | Cl | Br | CN | H | 0 | |
| 1-38 | Cl | H | 4-Cl-Ph | H | 0 | 168-170 |
| 1-39 | Cl | H | 4-CF ₃ -Ph | H | 0 | |
| 1-40 | Cl | H | 4-OCF ₃ -Ph | H | 0 | |
| 1-41 | Cl | H | OCHF ₂ | H | 0 | |
| 1-42 | Cl | F | OCHF ₂ | H | 0 | |
| 1-43 | Cl | Cl | OCHF ₂ | H | 0 | 204-206 |
| 1-44 | Cl | Cl | OCHF ₂ | H | 1 | 85-88 |
| 1-45 | Cl | Cl | OCHF ₂ | H | 2 | 213-214 |
| 1-46 | Cl | Br | OCHF ₂ | H | 0 | |
| 1-47 | Cl | I | OCHF ₂ | H | 0 | |
| 1-48 | Cl | H | OCClF ₂ | H | 0 | 176-178 |
| 1-49 | Cl | Cl | OCClF ₂ | H | 0 | |

第1表 (続き)

| No. | Y ¹ | Y ² | Y ³ | Y ⁴ | n | 融点 (°C) |
|------|----------------|----------------|--|----------------|---|---------|
| 1-75 | Cl | H | OCF ₂ CHFOCF ₃ | H | 1 | 73-76 |
| 1-76 | Cl | H | OCF ₂ CHFOCF ₃ | H | 2 | 92-95 |
| 1-77 | Cl | Cl | OCF ₂ CHFOCF ₃ | H | 0 | |
| 1-78 | Cl | Cl | OCF ₂ CHFOCF ₃ | H | 1 | |
| 1-79 | Cl | Cl | OCF ₂ CHFOCF ₃ | H | 2 | |
| 1-80 | Cl | H | OCF ₂ CHFOCF ₃ | Cl | 0 | |
| 1-81 | Cl | H | OCF ₂ CHFOC ₃ F _{7-n} | H | 0 | 120-122 |
| 1-82 | Cl | H | OCF ₂ CHFOC ₃ F _{7-n} | H | 1 | 68-73 |
| 1-83 | Cl | H | OCF ₂ CHFOC ₃ F _{7-n} | H | 2 | 108-110 |
| 1-84 | Cl | Cl | OCF ₂ CHFOC ₃ F _{7-n} | H | 0 | 135-138 |
| 1-85 | Cl | Cl | OCF ₂ CHFOC ₃ F _{7-n} | H | 1 | 66-71 |
| 1-86 | Cl | Cl | OCF ₂ CHFOC ₃ F _{7-n} | H | 2 | 127-129 |
| 1-87 | Cl | H | OCF ₂ CHFOC ₃ F _{7-n} | Cl | 0 | |
| 1-88 | Cl | H | O-(4-Cl-Ph) | H | 0 | |
| 1-89 | Cl | H | O-(2,4-Cl ₂ -Ph) | H | 0 | |
| 1-90 | Cl | H | O-(4-CF ₃ -Ph) | H | 0 | |
| 1-91 | Cl | H | O-(2-Cl-4-CF ₃ -Ph) | H | 0 | |
| 1-92 | Cl | H | O-(2,6-Cl ₂ -4-CF ₃ -Ph) | H | 0 | |
| 1-93 | Cl | H | O-(2,6-Cl ₂ -3-F-4-CF ₃ -Ph) | H | 0 | 103-105 |
| 1-94 | Cl | H | O-2-(5-CF ₃ -Pyr) | H | 0 | 126-128 |
| 1-95 | Cl | H | O-2-(3-Cl-5-CF ₃ -Pyr) | H | 0 | 71-74 |
| 1-96 | Cl | H | O-2-(3-Cl-5-CF ₃ -Pyr) | H | 1 | 90-94 |
| 1-97 | Cl | H | O-2-(3-Cl-5-CF ₃ -Pyr) | H | 2 | 111-113 |
| 1-98 | Cl | Cl | O-2-(3-Cl-5-CF ₃ -Pyr) | H | 0 | 65-68 |

第1表(続き)

| No. | Y ¹ | Y ² | Y ³ | Y ⁴ | n | 融点(℃) |
|-------|----------------|----------------|---|----------------|---|---------|
| 1-123 | Cl | H | SCF ₂ CHCl ₂ | H | 0 | |
| 1-124 | Cl | H | SCF ₂ CF ₃ | H | 0 | 161-162 |
| 1-125 | Cl | H | SOCH ₂ CF ₃ | H | 0 | |
| 1-126 | Cl | H | SO ₂ CF ₂ CF ₃ | H | 0 | |
| 1-127 | Cl | H | SCF ₂ CClF ₂ | H | 0 | |
| 1-128 | Cl | H | SCF ₂ CCl ₂ F | H | 0 | |
| 1-129 | Cl | H | SCF ₂ CCl ₃ | H | 0 | |
| 1-130 | Cl | H | SCF ₂ CBrF ₂ | H | 0 | |
| 1-131 | Cl | H | SCF(CF ₃) ₂ | H | 0 | 150-151 |
| 1-132 | Cl | H | SOCH(CF ₃) ₂ | H | 0 | |
| 1-133 | Cl | H | SO ₂ CF(CF ₃) ₂ | H | 0 | |
| 1-134 | Cl | Cl | SCF(CF ₃) ₂ | H | 0 | |
| 1-135 | Cl | Cl | SOCH(CF ₃) ₂ | H | 0 | |
| 1-136 | Cl | Cl | SO ₂ CF(CF ₃) ₂ | H | 0 | |
| 1-137 | Cl | H | S-(4-Cl-Ph) | H | 0 | |
| 1-138 | Cl | H | S-(2,4-Cl ₂ -Ph) | H | 0 | |
| 1-139 | Cl | H | S-(4-CF ₃ -Ph) | H | 0 | |
| 1-140 | Cl | H | S-(2-Cl-4-CF ₃ -Ph) | H | 0 | |
| 1-141 | Cl | H | S-2-(5-CF ₃ -Pyr) | H | 0 | |
| 1-142 | Cl | H | S-2-(3-Cl-5-CF ₃ -Pyr) | H | 0 | |
| 1-143 | Br | H | CF ₃ | H | 0 | |
| 1-144 | Br | F | CF ₃ | H | 0 | |
| 1-145 | Br | Cl | CF ₃ | H | 0 | |
| 1-146 | Br | H | C ₂ F ₆ | H | 0 | 170-171 |

23
第2表 (続き)

24

| No. | R ¹ | R ² | R ³ | X | Y ¹ | Y ³ | 融点 (°C) |
|------|-----------------|-----------------|-----------------|----|----------------|--------------------------------------|---------|
| 2-11 | CH ₃ | H | H | Br | Cl | OCF ₂ CHFCF ₃ | |
| 2-12 | CH ₃ | H | H | Br | Cl | OCF ₂ CHFOCF ₃ | |
| 2-13 | CH ₃ | H | CH ₃ | I | Cl | OCF ₃ | |
| 2-14 | CH ₃ | H | CH ₃ | I | Br | OCF ₃ | |
| 2-15 | CH ₃ | H | CH ₃ | I | I | OCF ₃ | |
| 2-16 | CH ₃ | CH ₃ | H | I | Cl | OCF ₃ | |
| 2-17 | CH ₃ | CH ₃ | CH ₃ | I | Cl | OCF ₃ | |

【0024】第1表中、融点がPaste (ペースト) *す。
で表される化合物について¹H-NMRデータを第3表に示* 【表10】

第3表

| No. | NMRデータ | |
|-------|---|--|
| | ¹ H-NMR[CDCl ₃ /TMS, δ 値(ppm)] | |
| | 1.46(s.6H), 1.96(s.3H), 2.89(s.2H), 6.00(br.1H) | |
| 1-117 | 7.25(t.1H), 7.68(dd.1H), 7.79(dd.1H), 7.98(dd.1H), 8.04(d.1H), 8.95(d.1H), 9.19(br.1H) | |
| | 1.45(s.6H), 1.96(s.3H), 2.88(s.2H), 6.00(br.1H) | |
| 1-122 | 6.70(m.1H), 7.25(t.2H), 7.68(dd.1H), 7.79(dd.1H), 7.95(dd.1H), 8.02(d.1H), 8.97(d.1H), 9.18(br.1H) | |

【0025】以下に本発明の代表的な実施例を例示するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

実施例1. N¹ - [2-クロロ-4-(トリフルオロメトキシ)フェニル] - N² - (1, 1-ジメチル-2-メチルスルフィニルエチル) - 3-ヨードフタルアミド (化合物No. 1-52) の製造。

N¹ - [2-クロロ-4-(トリフルオロメトキシ)フェニル] - N² - (1, 1-ジメチル-2-メチルチオエチル) - 3-ヨードフタルアミド 1. 17 g (2. 0 ミリモル) をクロロホルム 10 ml に溶解して 0°C に冷却し、該溶液にメタクロロ過安息香酸 0. 4 g (2. 3 ミリモル) を加える。1 時間室温下攪拌後、反応混合物を 10 % 炭酸カリウム水溶液で洗い、無水硫酸マグネシウムで乾燥し、減圧下に溶媒を留去した。残渣をエーテルで洗浄することにより目的物 0. 99 g を得た。

物性: m. p. 123°C 収率: 82%

【0026】実施例2. 3-ヨード-N¹ - [2, 3-ジクロロ-4-(1, 1, 2, 3, 3, 3-ヘキサフルオロプロポキシ)フェニル] - N² - [(1, 1-ジメチル

-2-メチルチオ)エチル]フタルアミド (化合物No. 1-66) の製造。

(2-1) 2, 3-ジクロロ-4-アミノフェノール 4. 0 g (22. 5 ミリモル) をジメチルスルホキシド 20 ml に溶解し、トルエン 60 ml, KOH 3. 78 g を加え室温で攪拌する。ヘキサフルオロプロベンガスを 10 分吹き込む。反応混合物を 50 ml の水で洗い有機層を無水硫酸マグネシウムで乾燥し、減圧下に溶媒を留去した。残渣をシリカゲルクロマトグラフィー (ヘキサン : 酢酸エチル = 2 : 1) で精製することにより 2, 3-ジクロロ-4-(1, 1, 2, 3, 3, 3-ヘキサフルオロプロポキシ) アニリン 3. 05 g を得た。収率 41 %

(2-2) N - (1, 1-ジメチル-2-メチルチオエチル) - 3-ヨードフタルイソイミド 1. 8 g (4. 8 ミリモル) をアセトニトリル 10 ml に溶解し、2, 3-ジクロロ-4-(1, 1, 2, 3, 3, 3-ヘキサフルオロプロポキシ) アニリン 1. 5 g (4. 6 ミリモル) を加える。トリフルオロ酢酸 10 mg 加え、2 時間室温

成珪藻土、レンガ粉碎物、フライアッシュ、砂、炭酸カルシウム、磷酸カルシウム等の無機鉱物性粉末、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ塩化ビニリデン等のプラスチック担体、硫安、磷酸、硝安、尿素、塩安等の化学肥料、堆肥等を挙げることができ、これらは単独で若しくは二種以上の混合物の形で使用される。

【0032】液体の担体になりうる材料としては、それ自体溶媒能を有するものの他、溶媒能を有さずとも補助剤の助けにより有効成分化合物を分散させうこととなるものから選択され、例えば代表例として次に挙げる担体を例示できるが、これらは単独で若しくは2種以上の混合物の形で使用され、例えば水、アルコール類（例えばメタノール、エタノール、イソプロパノール、ブタノール、エチレングリコール等）、ケトン類（例えばアセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、ジイソブチルケトン、シクロヘキサン等）、エーテル類（例えばエチルエーテル、ジオキサン、セロソルブ、ジプロピルエーテル、テトラヒドロフラン等）、脂肪族炭化水素類（例えばケロシン、鉱油等）、芳香族炭化水素類（例えばベンゼン、トルエン、キシレン、ソルベン、トナフサ、アルキルナフタレン等）、ハロゲン化炭化水素類（例えばジクロロエタン、クロロホルム、四塩化炭素、塩素化ベンゼン等）、エステル類（例えば酢酸エチル、ジイソブチルフタレート、ジブチルフタレート、ジオクチルフタレート等）、アミド類（例えばジメチルホルムアミド、ジエチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド等）、ニトリル類（例えばアセトニトリル等）、ジメチルスルホキシド類等を挙げができる。

【0033】他の補助剤としては次に例示する代表的な補助剤をあげることができ、これらの補助剤は目的に応じて使用され、単独で、ある場合は二種以上の補助剤を併用し、又ある場合には全く補助剤を使用しないことも可能である。有効成分化合物の乳化、分散、可溶化及び／又は湿潤のために界面活性剤が使用され、例えばポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルアリールエーテル、ポリオキシエチレン高級脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン樹脂酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノオレエート、アルキルアリールスルホン酸塩、ナフタレンスルホン酸縮合物、リグニンスルホン酸塩、高級アルコール硫酸エステル等の界面活性剤を例示することができる。又、有効成分化合物の分散安定化、粘着及び／又は結合の目的のために、次に例示する補助剤を使用することもでき、例えばカゼイン、ゼラチン、澱粉、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、アラビアゴム、ポリビニルアルコール、松根油、糠油、ベントナイト、リグニンスルホン酸塩等の補助剤を使用することもできる。

【0034】固体製品の流動性改良のために次に挙げる補助剤を使用することもでき、例えばワックス、ステア

20

40

50

リン酸塩、磷酸アルキルエステル等の補助剤を使用できる。懸濁性製品の解こう剤として、例えばナフタレンスルホン酸縮合物、縮合磷酸塩等の補助剤を使用することもできる。消泡剤としては、例えばシリコーン油等の補助剤を使用することもできる。防腐剤としては、1, 2-ベンズイソチアゾリン-3-オン、パラクロロメタキシレノール、パラオキシ安息香酸ブチル等も添加することが出来る。更に必要に応じて機能性展着剤、ビペロニルブトキサイド等の代謝分解阻害剤等の活性増強剤、ブロビレングリコール等の凍結防止剤、BHT等の酸化防止剤、紫外線吸収剤等その他の添加剤も加えることが可能である。有効成分化合物の配合割合は必要に応じて加減することができ、農園芸用殺虫剤100重部中、0.01～90重量部の範囲から適宜選択して使用すれば良く、例えば粉剤又は粒剤とする場合は0.01～50重量%、又乳剤又は水和剤とする場合も同様0.01～50重量%が適当である。本発明の農園芸用殺虫剤は各種害虫を防除するためにそのまま、又は水等で適宜希釈し、若しくは懸濁させた形で病害防除に有効な量を当該害虫の発生が予測される作物若しくは発生が好ましくない場所に適用して使用すれば良い。

【0035】本発明の農園芸用殺虫剤の使用量は種々の因子、例えば目的、対象害虫、作物の生育状況、害虫の発生傾向、天候、環境条件、剤型、施用方法、施用場所、施用時期等により変動するが、有効成分化合物として10アール当たり0.001g～10kg、好ましくは0.01g～1kgの範囲から目的に応じて適宜選択すれば良い。本発明の農園芸用殺虫剤は、更に防除対象病害虫、防除適期の拡大のため、或いは薬量の低減をはかる目的で他の農園芸用殺虫剤、殺ダニ剤、殺線虫剤、殺菌剤、生物農薬等と混合して使用することも可能であり、又、使用場面に応じて除草剤、植物成長調節剤、肥料等と混合して使用することも可能である。かかる目的で使用する他の農園芸用殺虫剤、殺ダニ剤、殺線虫剤としては、例えばエチオノン、トリクロロホン、メタミドホス、アセフェート、ジクロロホス、メビンホス、モノクロトホス、マラチオン、ジメトエート、ホルモチオン、メカルバム、バミドチオン、チオメトン、ジスルホトン、オキシデプロホス、ナレッド、メチルバラチオン、フェニトロチオン、シアノホス、プロバホス、

【0036】フェンチオン、プロチオホス、プロフェノホス、イソフェンホス、テメホス、フェントエート、ジメチルビンホス、クロロフェビンホス、テトラクロルビンホス、ホキシム、イソキサチオン、ビラクロホス、メチダチオン、クロロピリホス、クロロピリホス・メチル、ピリダフェンチオン、ダイアジノン、ピリミホスメチル、ホサロン、ホスマット、ジオキサベンゾホス、キナルホス、テルブホス、エトプロホス、カズサホス、メスルフェンホス、DPS (NK-0795)、ホスホカルブ、フェナミホス、イソアミドホス、ホスチアゼー

ポックスウイルス (*Entomopox virus* , EPV) 等のウイルス製剤、モノクロスボリウム・フィマトバガム (*Mona crosporium phymatophagum*) 、スタイナーネマ・カーポカブサエ (*Steinernema carpocapsae*) 、スタイナーネマ・クシダエ (*Steinernema kushidai*) 、パストーリア・ペネトランス (*Pasteuria penetrans*) 等の殺虫又は殺線虫剤として利用される微生物農薬、トリコデルマ・リグノラン (*Trichoderma lignorum*) 、アグロバクテリウム・ラジオバクター (*Agrobacterium radiobacter*) 、非病原性エルビニア・カロトボーラ (*Erwinia carotovora*) 、バチルス・ズブチリス (*Bacillus subtilis*) 等の殺菌剤として使用される微生物農薬、ザントモナス・キャンペストリス (*Xanthomonas campestris*) 等の除草剤として利用される生物農薬などと混合して使用することにより、同様の効果が期待できる。

【0043】更に、生物農薬として例えばオンシツツヤコバチ (*Encarsia formosa*) 、コレマンアラバチ (*Aphidius colemani*) 、ショクガタマバエ (*Aphidoletes **

製剤例 1.

第1表又は第2表記載の化合物
キシレン
N-メチルピロリドン
ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルと
アルキルベンゼンスルホン酸カルシウムとの混合物
以上を均一に混合溶解して乳剤とする。

製剤例 2.

第1表又は第2表記載の化合物
クレー粉末
珪藻土粉末
以上を均一に混合粉碎して粉剤とする。

【0045】

製剤例 3.

第1表又は第2表記載の化合物
ベントナイトとクレーの混合粉末
リグニンスルホン酸カルシウム
以上を均一に混合し、適量の水を加えて混練し、造粒、乾燥して粒剤とする。

製剤例 4.

第1表又は第2表記載の化合物
カオリンと合成高分散珪酸
ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルと
アルキルベンゼンスルホン酸カルシウムとの混合物
以上を均一に混合粉碎して水和剤とする。

【0046】試験例 1. コナガ (*Plutella xylostella*) に対する殺虫試験。

ハクサイ実生にコナガの成虫を放飼して産卵させ、放飼2日後に産下卵の付いたハクサイ実生を第1表又は第2表記載の化合物を有効成分とする薬剤を所定の割合に希

**aphidimyza*) 、イサエアヒメコバチ (*Diglyphus isaea*) 、ハモグリコマユバチ (*Dacnusa sibirica*) 、チリカブリダニ (*Phytoseiulus persimilis*) 、ククメリスカブリダニ (*Amblyseius cucumeris*) 、ナミヒメハナカメムシ (*Orius sauteri*) 等の天敵生物、ボーベリア・ブロンニアティ (*Beauveria brongniartii*) 等の微生物農薬、(Z) - 10 - テトラデセニル=アセタート、(E, Z) - 4, 10 - テトラデカジニエル=アセタート、(Z) - 8 - ドデセニル=アセタート、(Z) - 1 10 - テトラデセニル=アセタート、(Z) - 13 - イコセン-10-オン、(Z) - 8 - ドデセニル=アセタート、(Z) - 11 - テトラデセニル=アセタート、(Z) - 13 - イコセン-10-オン、14 - メチル-1 - オクタデセン等のフェロモン剤と併用することも可能である。

【0044】以下に本発明の代表的な製剤例及び試験例を示すが、本発明はこれらに限定されるものではない。尚、製剤例中、部とあるのは重量部を示す。

10部

70部

10部

10部

3部

82部

15部

5部

90部

5部

釀した薬液に約30秒間浸漬し、風乾後に25℃の恒温室に静置した。薬液浸漬6日後に孵化虫数を調査し、下記の式により死虫率を算出し、下記基準に従って判定を行った。1区10頭3連制。

[数1]

第4表

| 供試化合物No. | 濃度(ppm) | 試験例1 | 試験例2 |
|----------|---------|------|------|
| 1-20 | 50 | A | A |
| | 5 | A | A |
| 1-21 | 50 | A | A |
| | 5 | A | C |
| 1-22 | 50 | A | A |
| | 5 | A | C |
| 1-38 | 50 | A | A |
| | 5 | A | E |
| 1-43 | 50 | A | A |
| | 5 | A | A |
| 1-44 | 50 | A | A |
| | 5 | A | E |
| 1-45 | 50 | A | A |
| | 5 | A | E |
| 1-48 | 50 | A | A |
| | 5 | A | A |
| 1-52 | 50 | A | A |
| | 5 | A | A |
| 1-58 | 50 | A | A |
| | 5 | E | E |
| 1-64 | 50 | A | A |
| | 5 | A | A |
| 1-66 | 50 | A | A |
| | 5 | E | E |

[0050]

【表12】

第4表(続き)

| 供試化合物No. | 濃度(ppm) | 試験例1 | 試験例2 |
|----------|---------|------|------|
| 1-84 | 50 | A | A |
| | 5 | E | E |
| 1-85 | 50 | A | A |
| | 5 | A | E |
| 1-86 | 50 | A | A |
| | 5 | A | D |
| 1-93 | 50 | A | C |
| | 5 | A | E |
| 1-94 | 50 | A | A |
| | 5 | A | E |
| 1-95 | 50 | A | A |
| | 5 | A | E |
| 1-96 | 50 | A | A |
| | 5 | A | E |
| 1-97 | 50 | A | A |
| | 5 | A | E |
| 1-98 | 50 | A | A |
| | 5 | A | E |
| 1-100 | 50 | A | A |
| | 5 | A | E |
| 1-107 | 50 | A | E |
| | 5 | A | E |
| 1-111 | 50 | A | A |
| | 5 | A | E |

【0052】比較試験例1. ハスモンヨトウ (*Spodoptera litura*) に対する殺虫試験。

化合物1-51を有効成分とする薬剤を所定の割合に希釈した薬液0.5mlを、プラスチックシャーレ内に充填した人工飼料上に滴下処理した。ハスモンヨトウ3令*

*幼虫を接種した後、蓋をして25℃の恒温室に静置した。接種8日後に生死虫数を調査し、下記の式により死虫率を算出した。1区10頭3連制
[数3]

$$\text{補正死虫率(%)} = \frac{\text{無処理区生存虫数} - \text{処理区生存虫数}}{\text{無処理区生存虫数}} \times 100$$

比較試験化合物は特開2001-131141号公報に記載の下記化合物を使用した。

化合物A: N¹ - [2-クロロ-4-(トリフルオロメトキシ)フェニル] - N² - (1,1-ジメチル-2-

(72)発明者 藤岡 伸祐
大阪府河内長野市上原町474-1-103

Fターミ(参考) 4C055 AA01 BA42 BA48 BB10 BB16
CA02 CA13 CA39 CB07 CB10
CB14 DA01
4H006 AA01 AA03 AB02 TA01 TA02
TA04 TB02 TB03
4H011 AC01 BB06 BB07 BB09 DA02
DA15 DA16 DD03